

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

①1 N° de publication :

**2 815 413**

(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

②1 N° d'enregistrement national :

**00 13270**

⑤1 Int Cl<sup>7</sup> : G 01 N 25/14, G 01 N 33/22

⑫

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

**A1**

②2 Date de dépôt : 17.10.00.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la  
demande : 19.04.02 Bulletin 02/16.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de  
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du  
présent fascicule*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux  
apparentés :

⑦1 Demandeur(s) : INSTRUMENTATION SCIENTIFIQUE  
DE LABORATOIRE I.S.L. SA Société anonyme — FR et  
POLOTSK STATE UNIVERSITY — RU.

⑦2 Inventeur(s) : ABAEV GUENRIKH, ANDREEVA  
RAISSA, URVANTS AU VIACHASLAU, SPIRYDONAU  
ALIAKSANDR et KALESNIK VICTOR.

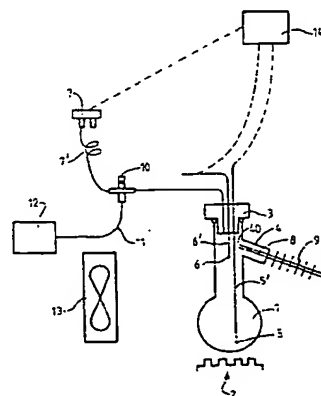
⑦3 Titulaire(s) :

⑦4 Mandataire(s) : CABINET HERRBURGER.

⑤4 PROCÉDE DE DETERMINATION DES CARACTERISTIQUES DE DISTILLATION DE PRODUITS PETROLIERS  
LIQUIDES PAR MINI-DISTILLATION EXPRESS AINSI QU'APPAREIL PERMETTANT LA MISE EN OEUVRE DE  
CE PROCÉDE.

⑤7 Appareil caractérisé en ce qu'il comporte :

- un ballon de distillation dimensionné pour recevoir de 5 à 15 ml d'un échantillon à analyser
- des organes de chauffage du ballon de distillation, avec une intensité de chauffage constante réglable,
- deux capteurs de température sans inertie permettant de mesurer en continu, d'une part la valeur réelle de la température d'un échantillon en cours de distillation en phase liquide et la valeur réelle de la température de cet échantillon en phase vapeur,
- un dispositif de mesure en continu de la pression en phase vapeur d'un échantillon en cours de distillation qui comporte un détecteur de pression ainsi qu'un capillaire, et
- des organes de réception et d'exploitation de signaux transmis par les capteurs de température et le détecteur de pression.



FR 2 815 413 - A1



**BEST AVAILABLE COPY**

On note la température des vapeurs présentes dans le ballon de distillation pour des volumes prédéterminés de condensat recueillis dans l'éprouvette de réception.

On établit la courbe donnant le pourcentage du volume d'échantillon recueilli en fonction de la température et on vérifie à partir de cette courbe qui caractérise l'échantillon si celui-ci est conforme aux spécifications requises.

Il est à noter que les températures indiquées par les appareils fonctionnant selon ces normes standard ne correspondent pas toujours aux températures d'ébullition réelles mais peuvent correspondre à des températures empiriques compte tenu des conditions d'essai en particulier des thermomètres mis en œuvre.

Ces appareils qui sont actuellement utilisés par tous les spécialistes pour caractériser les produits pétroliers liquides permettent d'obtenir des résultats fiables et bien reproductibles, donc représentatifs des échantillons analysés mais présentent toutefois de nombreux inconvénients : ils sont en effet particulièrement lourds et encombrants ; de plus le volume d'échantillon nécessaire pour effectuer un test de volatilité est relativement important (de l'ordre de 100 ml) et la durée de chaque test n'est pas inférieure à 45 minutes.

Pour remédier à ces inconvénients selon la publication biélorusse 198 0 801, les chercheurs de l'Université d'Etat de Polotsk ont déjà proposé un procédé et un appareil permettant de déterminer les caractéristiques de distillation de produits pétroliers liquides par des tests physiques ne durant chacun qu'environ 10 mn et ne nécessitant chacun qu'un volume très réduit d'échantillon (de l'ordre de 5 à 15 ml).

Un autre avantage de ce procédé et de cet appareil est lié au fait que les caractéristiques des produits analysés sont directement déterminées à partir de mesures de température et de pression et donc qu'ils ne nécessitent aucune mesure du volume de condensat recueilli dans une éprouvette de réception.

par les spécialistes dans le cadre de l'analyse des produits pétroliers.

La présente invention a pour objet de remédier à ces inconvénients en proposant un procédé permettant de déterminer les caractéristiques de distillation aussi bien de produits pétroliers liquides légers que de produits pétroliers liquides lourds et de leurs mélanges par mini distillation express de façon à donner des résultats fiables et reproductibles en corrélation avec ceux issus des tests conformes aux normes standard et en particulier aux normes ASTM universellement reconnues par les spécialistes.

Conformément à l'invention, ce but a pu être atteint grâce à un procédé comportant les étapes suivantes :

1. on introduit un volume de l'ordre de 5 à 15 ml de l'échantillon à analyser dans un ballon de distillation coopérant avec un élément chauffant à sa partie inférieure et muni d'un détecteur de pression ainsi que de deux capteurs de température sans inertie permettant de mesurer d'une part la valeur réelle de la température de l'échantillon en phase liquide et d'autre part la valeur réelle de la température de l'échantillon en phase vapeur à un niveau situé un peu au-dessous de l'entrée du tube de dégagement équipant le ballon de distillation,
2. on chauffe le ballon de distillation avec une intensité de chauffage constante dépendant de la nature de l'échantillon à analyser de façon à le mettre progressivement en ébullition,
3. on mesure constamment la pression de vapeur dans le ballon de distillation au niveau de l'entrée du tube de dégagement ainsi que les valeurs réelles de la température de l'échantillon en phase liquide  $T^L$  et en phase vapeur  $T^S$  et on trace les courbes représentant les variations de cette pression et de ces températures en fonction du temps  $t_1$ ,
4. on établit les dérivées première et seconde de la courbe représentant les variations de la température de l'échantillon en phase liquide et en phase vapeur :

9. on détermine la température de fin d'ébullition en phase liquide  $T_{FBP}^L$  par itération conformément à la formule :

$$T_{FBP}^L = T_{END}^L + \frac{(T_{END}^L - T_{FBP}^L)}{\left[ \frac{v_{END}}{(1 - v_{END})} \right]^a} 1/k$$

dans laquelle  $v_{END}$  représente le pourcentage molaire d'échantillon distillé à la température  $T_{END}^L$  et  $a$  et  $k$  sont des coefficients du modèle mathématique de distillation correspondant à la formule empirique :

$$v_M = \frac{at^k}{(1 + at^k)}$$

calculés par itération à partir de l'équation :

$$\ln\left(\frac{v_{Mi}}{1 - v_{Mi}}\right) = \ln a + k \ln \tau_i$$

dans laquelle :

$$\tau_i = \frac{T_i^L - T_{IBP}^L}{T_{FBP}^L - T_i^L}$$

en calculant à chaque étape une nouvelle valeur de  $T_{FBP}^L$  jusqu'au moment où :

$$T_{FBP}^{L(n)} - T_{FBP}^{L(n-1)} \leq 1^\circ\text{C}$$

10. on recalcule le pourcentage molaire d'échantillon distillé en fonction de la valeur réelle de la température de cet échantillon en phase vapeur de façon à tenir compte des résidus et des pertes d'échantillon en phase vapeur par la formule :

$$v_{Mi} = v'_{Mi} + \Delta Li + \Delta Si$$

dans laquelle  $\Delta Si$  représente le pourcentage de phase vapeur en cours de distillation,  $\Delta Li$  le pourcentage de phase liquide au moment de sa formation par condensation et  $v_{Mi}$  le pourcentage molaire d'échantillon distillé en prenant en considération les résidus,

11. on détermine le pourcentage volumétrique d'échantillon distillé  $v_{Vi}$  en fonction de la valeur réelle de la température de cet échantillon en phase liquide par la formule,

$$v_{Vi} = f(v_{Mi}, \rho_i, T_i^L)$$

12. et on trace la courbe correspondante.

Dans ce cas, et selon une autre caractéristique de l'invention :

$$T_{\text{STAND}}^{\text{D 86}}$$

est la température empirique correspondant à la norme ASTM D 86 et  $\theta_i^{\text{D 86}}$  est calculé à partir de la fonction :

$$\theta_i^{\text{D 86}} = f\left(\frac{dT_i^L}{dv_{vi}}, T_i^L, v_{vi}\right)$$

et est déterminé soit graphiquement, soit à partir des valeurs des paramètres ( $a$ ,  $k$ ,  $T_{\text{IBP}}^L$ ,  $T_{\text{FBP}}^L$ ), calculées dans les étapes 1 à 12.

Le procédé conforme à l'invention peut également être adapté à la détermination des caractéristiques de distillation de produits pétroliers liquides lourds ayant des températures d'ébullition supérieures à 400°C, à la pression atmosphérique, ce sans atteindre des température pour lesquelles on risquerait de se heurter à une décomposition thermique du produit analysé.

A cet effet, et selon une autre caractéristique de l'invention :

- on sélectionne un produit pétrolier liquide léger porteur ayant une température d'ébullition inférieure à 300°C compatible avec l'échantillon à analyser,
- on soumet ce liquide porteur aux étapes 1 à 12 de façon à obtenir la courbe représentant le pourcentage molaire  $v_M$  de liquide porteur distillé en fonction de la température réelle de ce liquide en phase liquide  $T^L$   $v_{M(\text{porteur})} = f(T_i^L)$ ,
- on prépare un mélange renfermant environ 85 à 95 % de liquide porteur et 5 à 15 % d'échantillon à analyser de sorte qu'au moins 90 % de ce mélange ait une température d'ébullition inférieure à 360°C,
- on soumet ce mélange aux étapes 1 à 12 de façon à tracer la courbe représentant le pourcentage molaire  $v_M$  de ce mélange distillé en fonction de la température  $T^L$  de ce mélange en phase liquide  $v_{M(\text{mix})} = f(T_i^L)$  dans le même système de coordonnées que la courbe  $v_{M(\text{porteur})} = f(T_i^L)$ ,
- on considère par convention que la température de fin d'ébullition  $T_{\text{FBP}}^{\text{HP}}$  de l'échantillon à analyser est égale à

ling Point) qui sont elles aussi définies par des normes universellement reconnues.

Or, la présente invention permet également de tracer les courbes des points d'ébullition réels TBP d'un échantillon en particulier en vue de connaître sa composition.

A cet effet et selon une autre caractéristique de l'invention :

à partir des courbes de distillation normale LBP  $v_M = f(T)$  correspondant à une colonne à un seul plateau on trace les courbes des points d'ébullition réels TBP correspondant à une technique avec une colonne à au moins quinze plateaux théoriques en considérant par convention que les températures  $T_{END}^L$  (LBP) et  $T_{END}^L$  (TBP) sont égales, que dans le système de coordonnées  $v_M, T$  les surfaces situées au-dessous des courbes de distillation normales LBP sont égales aux surfaces situées au-dessous des courbes des points d'ébullition réels TBP et que  $T_{IBP}(TBP) = f(S_{LBP})$ ,  $f(S_{LBP})$  dépendant de la surface située au-dessous de la courbe de distillation normale LBP dans le système de coordonnées  $v_M, T$ .

L'invention se rapporte également à un appareil permettant la mise en œuvre du procédé susmentionné.

Selon l'invention, cet appareil est caractérisé en ce que

- 25 - un ballon de distillation dimensionné pour recevoir de 5 à 15 ml d'un échantillon à analyser et équipé à sa partie supérieure d'un bouchon ainsi que d'un tube de dégagement latéral coopérant avec un condenseur,
- des organes de chauffage du ballon de distillation, à sa
- 30 partie inférieure, avec une intensité de chauffage constante réglable,
- deux capteurs de température sans inertie introduits dans le ballon de distillation par des tubulures passant au travers du bouchon de façon à permettre de mesurer en continu,
- 35 d'une part la valeur réelle de la température d'une échantillon en cours de distillation en phase liquide et d'autre part la valeur réelle de la température de cet échantillon

rapidement des tests de produits pétroliers sur un site quelconque, notamment sur des champs d'opération dans le domaine militaire.

Les caractéristiques du procédé ainsi que de  
5 l'appareil qui font l'objet de l'invention seront décrites plus en détail en se référant à la figure 1 annexée qui est une vue schématique représentant un exemple de configuration de cet appareil.

Selon la figure 1, celui-ci comporte un ballon de  
10 distillation 1 de forme sphérique muni d'un tube de dégagement latéral 4 qui est dimensionné pour recevoir 5 à 15 mm d'un échantillon à analyser.

Ce ballon 1 est chauffé à sa partie inférieure avec une intensité de chauffage constante réglable par une  
15 résistance chauffante 2 et est fermé hermétiquement à sa partie supérieure par un bouchon amovible 3 par lequel on peut introduire l'échantillon à analyser, notamment au moyen d'une seringue.

Deux capteurs de température sans inertie 5, 6  
20 sont introduits dans le ballon de distillation 1 par des tubulures 5', 6' passant au travers du bouchon 3.

Le premier capteur de température 5 plonge dans le liquide à analyser pour permettre de mesurer en continu la valeur réelle de la température de cet échantillon, en cours  
25 de distillation en phase liquide.

Le second capteur de distillation 6 est quant à lui monté à la partie supérieure du ballon de distillation 1 à un niveau situé un peu au-dessous de l'entrée 40 du tube de dégagement 4 de façon à permettre de mesurer en continu la  
30 valeur réelle de la température de l'échantillon en cours de distillation en phase vapeur.

L'appareil comporte par ailleurs un dispositif de mesure en continu de la pression régnant à la partie supérieure du ballon de distillation 1.

35 Selon la figure 1, ce dispositif est essentiellement constitué par un capteur de pression différentielle 7 qui est relié à la partie interne du ballon de distillation 1

La fiabilité du procédé et de l'appareil conforme à l'invention, a été vérifiée par des tests dont les résultats sont rassemblés ci-dessous.

### **Exemple 1**

#### **5 Détermination des caractéristiques de distillation normale LBD d'un mélange hexane - isooctane - décane**

##### A - Par le procédé conforme à l'invention

On a analysé un mélange ayant la composition volumétrique suivante :

- 10           - hexane 40 %  
              - isooctane 55 %  
              - décane 5 %

On a introduit 10 ml de ce mélange dans le ballon de distillation d'un appareil conforme à l'invention.

15           On a placé ce ballon dans l'appareil et équipé celui-ci d'un capillaire et d'un condenseur à air.

On a alors mis en route le programme de distillation et mesuré constamment les températures de l'échantillon en phase liquide  $T^L$  et en phase vapeur  $T^S$  ainsi que la pression  $P$  régnant à la partie interne du ballon.

20           Les organes de réception et d'exploitation ont permis de contrôler en continu le programme de distillation et de calculer les caractéristiques de distillation normales LBD du mélange conformément au procédé conforme à l'invention.

25           Les résultats obtenus sont rassemblés sur le tableau 1 ci-dessous et représentés sur la figure 2 jointe en annexe.

$V_v$	IBP	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	0,95	FBP
$T^S$	78,5	79,2	80,4	81,3	83,4	85,5	87,9	90,6	94	99,5	111,5	155,2	173,6
$T^L$	81,7	82,5	83,4	83,8	86	88,5	91,5	95	100,1	107,2	130,8	174,4	175,6
$T^{stand}$	75	78,3	79	80,4	81,7	83,4	85,3	88,1	91,6	96,6	105,2	128,7	168,7

30           Sur le tableau 1 et la figure 2, les valeurs  $T^{stand}$  correspondent aux valeurs de température recalculées en fonction de la norme ASTM D 86.



et on a considéré que la température  $T_{FBP}$  correspondait à la température pour laquelle on observait la dispersion minimum (ou le coefficient de corrélation) maximum.

Les résultats obtenus conformément à ce test sont rassemblés dans le tableau 2 ci-dessous :

$V_v$	IBp	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	0,95	FBp
$T^L$	83,6	83,4	85,7	86,8	88	90,3	94,9	102	107,2	112,2	144,7	175,8	180,6
$T^{stand}$	77,1	78,3	78,8	79,5	80,7	82,8	87,7	86,3	92,4	98,4	109,2	125,3	172,6

La température  $T_{FBP}$  déterminée conformément à ce test diffère de la température de fin d'ébullition du décane pur de 6,5°C.

### Exemple 2

#### 10 Détermination des caractéristiques de distillation normale LBD d'un carburant diesel

On a effectué sur un échantillon constitué par un carburant diesel les mêmes tests que dans l'exemple 1 en utilisant A le procédé conforme à l'invention et B le procédé conforme à l'art antérieur susmentionné.

Les résultats obtenus conformément aux tests réalisés selon l'invention sont rassemblés dans le tableau 3 ci-dessous :

$V_v$	IBP	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	0,95	FBP
$T^S$	217,8	239,7	254,8	270,6	290,6	307,1	322,5	334,9	347,2	362,0	380,5	389,0	397,9
$T^L$	226,6	249,7	264,3	279,0	299,6	317,9	335,7	351,2	369,8	390,0	408,1	415,8	412,5
$T^{stand}$	208,1	237	250,4	267,7	284,7	299,6	313	325,7	338,4	351,5	368,5	380,7	386,7

Les résultats obtenus conformément aux tests réalisés selon l'art antérieur sont rassemblés dans le tableau 4 ci-dessous :

$V_v$	IBP	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	0,95	FBP
$T^L$	232,3	254,7	268,3	281,8	308,7	325,9	342,4	356,5	364,6	373,5	378,2	386,3	398,5
$T^{stand}$	213,3	241,7	254,1	270,3	293,2	307,1	319,2	330,6	341,8	353,2	368,5	378,8	382,8

On a ensuite comparé les convergences obtenues d'une part conformément à l'invention et d'autre part conformément à l'art antérieur.

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 5 ci-dessous :

b) On a effectué un test similaire à partir d'un mélange hexane - toluène - décane ayant la composition volumétrique suivante : 50 % - 40 % - 10 %.

On a tracé les courbes de distillation normale LBD et de distillation TBP de ce mélange ; celles-ci sont représentées sur la figure 4 jointe en annexe.

Le tableau 7 ci-dessous indique les fractions molaires des différents constituants de ce mélange qui ont pu être calculés conformément à l'invention.

Constituants	Concentration volumétrique 50-40-10					
	Fractions molaires calculées					Fractions molaires expérimentales
	I	a	k	T <sub>IBP</sub>	T <sub>TBP</sub>	
Hexane	0,464	9.92	1.22	75	174	0,472
Toluène	0,477					0,464
Décane	0,059					0,0636

10

Les tableaux 6 et 7 démontrent que l'invention a permis d'obtenir une concordance satisfaisante entre les fractions volumétriques calculées et les fractions molaires expérimentales réelles du mélange initial.

#### 15 Exemple 4

**Détermination des caractéristiques de distillation d'un produit pétrolier liquide lourd ayant une température d'ébullition supérieure à 400°C**

En tant que produit porteur, on a choisi une essence ayant les caractéristiques de distillation normale LBP suivantes : a = 0,462 ; k = 1,834 ; T<sub>IBP</sub> = 88,3°C ; et T<sub>TBP</sub> = 164,4°C.

On a établi et tracé conformément à l'invention la courbe de distillation v = F(T) de ce liquide porteur.

Les résultats ainsi obtenus sont rassemblés sur le tableau 8 ci-dessous et représentés sur la figure 5 jointe en annexe.

v	IBP	0,072	0,102	0,137	0,178	0,223	0,273	0,327	0,385	0,451	0,518	0,591	0,667	0,747	0,831	0,9	0,961	TBP
T	88,3	107,5	110,9	114	117,2	120,1	122,9	125,7	128,5	131,3	134	136,9	140,1	143,5	147,5	151,4	156,3	164,4

R E V E N D I C A T I O N S

1°) Procédé de détermination des caractéristiques de distillation de produits pétroliers liquides par mini distillation express,

5 caractérisé en ce qu'il comporte les étapes suivantes :

1. on introduit un volume de l'ordre de 5 à 15 ml de l'échantillon à analyser dans un ballon de distillation coopérant avec un élément chauffant à sa partie inférieure et muni d'un détecteur de pression ainsi que de deux cap-  
10 teurs de température sans inertie permettant de mesurer d'une part la valeur réelle de la température de l'échantillon en phase liquide et d'autre part la valeur réelle de la température de l'échantillon en phase vapeur à un niveau situé un peu au-dessous de l'entrée du tube de  
15 dégagement équipant le ballon de distillation,

2. on chauffe le ballon de distillation avec une intensité de chauffage constante dépendant de la nature de l'échantillon à analyser de façon à le mettre progressivement en ébullition,

20 3. on mesure constamment la pression de vapeur dans le ballon de distillation au niveau de l'entrée du tube de dégagement ainsi que les valeurs réelles de la température de l'échantillon en phase liquide  $T^L$  et en phase vapeur  $T^S$  et on trace les courbes représentant les variations de cette  
25 pression et de ces températures en fonction du temps  $\tau_1$ ,

4. on établit les dérivées première et seconde de la courbe représentant les variations de la température de l'échantillon en phase liquide et en phase vapeur :

$$\frac{dT^S}{d\tau_1}; \frac{dT^L}{d\tau_1}; \frac{d^2T^S}{d\tau_1^2}; \frac{d^2T^L}{d\tau_1^2}$$

30 et on en déduit la température de début d'ébullition en phase liquide  $T^L_{IBP}$  qui correspond au point pour lequel  
 $\frac{d^2T^L}{d\tau_1^2} = 0$  ,

5. on détermine la température de début d'ébullition en phase vapeur  $T^S_{IBP}$  qui correspond au temps pour lequel on observe  
35 un début d'augmentation de la pression,

calculés par itération à partir de l'équation :

$$\ln\left(\frac{v_{Mi}}{1 - v_{Mi}}\right) = \ln a + k \ln \tau_i$$

dans laquelle :

5 
$$\tau_i = \frac{T_i^L - T_{FBP}^L}{T_{FBP}^L - T_i^L}$$

en calculant à chaque étape une nouvelle valeur de  $T_{FBP}^L$  jusqu'au moment où :

$$T_{FBP}^{L(n)} - T_{FBP}^{L(n-1)} \leq 1^\circ\text{C}$$

10. on recalcule le pourcentage molaire d'échantillon distillé en fonction de la valeur réelle de la température de cet échantillon en phase vapeur de façon à tenir compte des résidus et des pertes d'échantillon en phase vapeur par la formule :

$$v_{Mi} = v'_{Mi} + \Delta Li + \Delta Si$$

- 15 dans laquelle  $\Delta Si$  représente le pourcentage de phase vapeur en cours de distillation,  $\Delta Li$  le pourcentage de phase liquide au moment de sa formation par condensation et  $v_{Mi}$  le pourcentage molaire d'échantillon distillé en prenant en considération les résidus,

- 20 11. on détermine le pourcentage volumétrique d'échantillon distillé  $v_{Vi}$  en fonction de la valeur réelle de la température de cet échantillon en phase liquide par la formule,

$$v_{Vi} = f(v_{Mi}, \rho_i, T_i^L)$$

- 25 12. et on trace la courbe correspondante.

2°) Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que

- 30 l'on règle l'intensité de chauffage de l'élément chauffant de sorte que le temps nécessaire à la distillation de l'échantillon soit de l'ordre de 5 à 15 minutes.

3°) Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que

- on soumet ce mélange aux étapes 1 à 12 de façon à tracer la courbe représentant le pourcentage molaire  $v_M$  de ce mélange distillé en fonction de la température  $T^L$  de ce mélange en phase liquide  $v_{Mi(mix)} = f(T_i^L)$  dans le même système de coordonnées que la courbe  $v_{Mi(porteur)} = f(T_i^L)$ ,

- on considère par convention que la température de fin d'ébullition  $T_{FBP}^{HP}$  de l'échantillon à analyser est égale à la température de fin d'ébullition du mélange en phase liquide,

$$T_{FBP}^{HP} = T_{FBP}^L (mix)$$

- on détermine  $T_{FBP}^L (mix)$  par itération conformément aux étapes 1 à 9,
- on calcule la température de début d'ébullition en phase liquide  $T_{IBP}^{HP}$  de l'échantillon à analyser par la formule :

$$T_{IBP}^{HP} = T_1 - \Delta T_1 \left[ \frac{v_{M1}}{a^{HP}(1 - v_{M1})} \right]^{1/k^{HP}}$$

dans laquelle  $T_1$  représente la température d'intersection des courbes  $v_{Mi(porteur)} = f(T_i^L)$  et  $v_{Mi(mix)} = f(T_i^L)$ ,  $v_{M1}$  le pourcentage molaire d'échantillon qui correspond à cette température  $T_1$  et  $\Delta T_1 = T_{FBP}^{HP} - T_1$

- on détermine  $a^{HP}$  et  $k^{HP}$  à l'aide du système d'équations additives :

$$\sum v_{Mi} S_i(T^L, a_i, k_i) = S^{mix}(T^L, a^{mix}, k^{mix}) \text{ et}$$

$$\sum v_{Mi} S_i(\tau) = S^{mix}(\tau)$$

dans lesquelles  $S_i(T)$  et  $S_i(\tau)$  sont fonction des surfaces respectivement situées au-dessous des courbes de distillation dans les systèmes de coordonnées  $v_M, T$  et  $v_M, \tau$  et  $\Sigma$  est fonction du poids spécifique du produit porteur dans le mélange, et on trace les courbes  $v_M^{HP} = f(T)$  à partir de la formule :

$$v_M^{HP} = \frac{a^{HP} \tau^{k^{HP}}}{(1 + a^{HP} \cdot \tau^{k^{HP}})}$$

6°) Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que

- un dispositif de mesure en continu de la pression en phase vapeur d'un échantillon en cours de distillation qui comporte un détecteur de pression relié à la partie interne du ballon de distillation par une tubulure passant au travers du bouchon ainsi qu'un capillaire introduit à la partie interne du tube de dégagement au niveau de l'entrée de ce tube, et
- des organes de réception et d'exploitation de signaux transmis par les capteurs de température et le détecteur de pression.

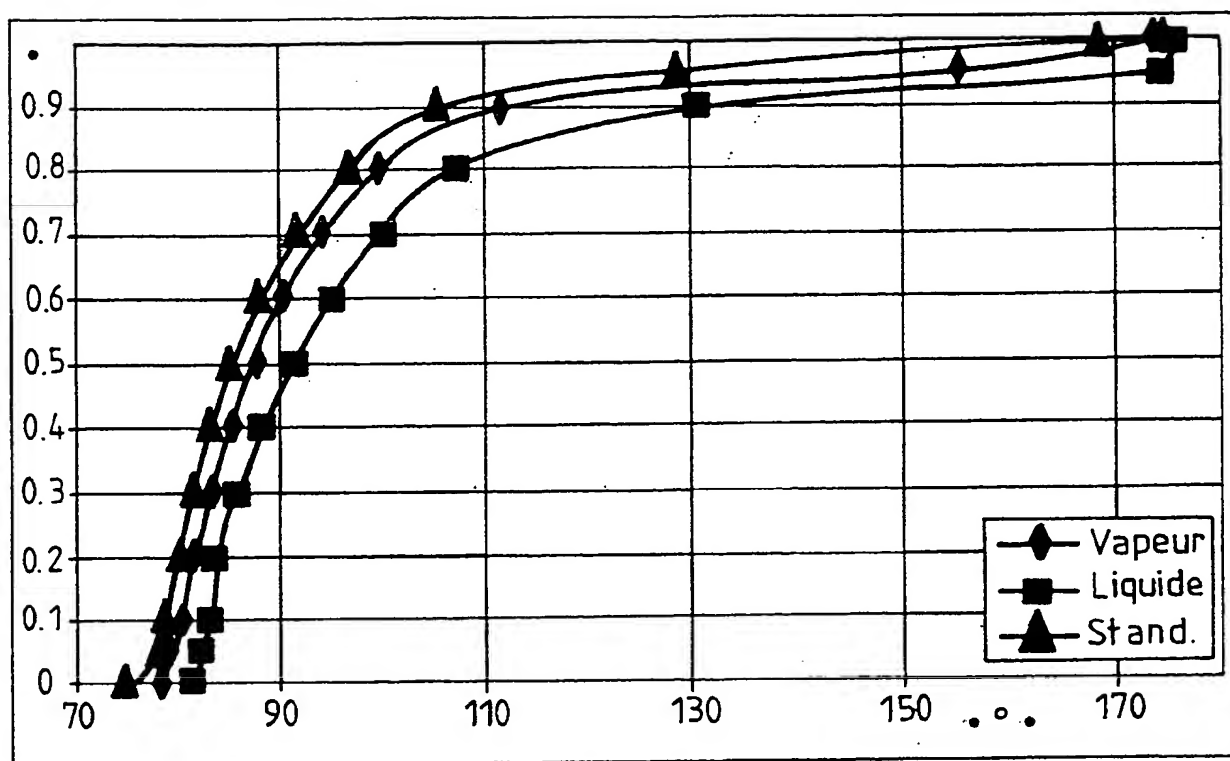
9°) Appareil selon la revendication 8, caractérisé en ce que

- le ballon de distillation est un ballon jetable, et
- le capillaire est constitué par un élément fixe de préférence en acier inoxydable.

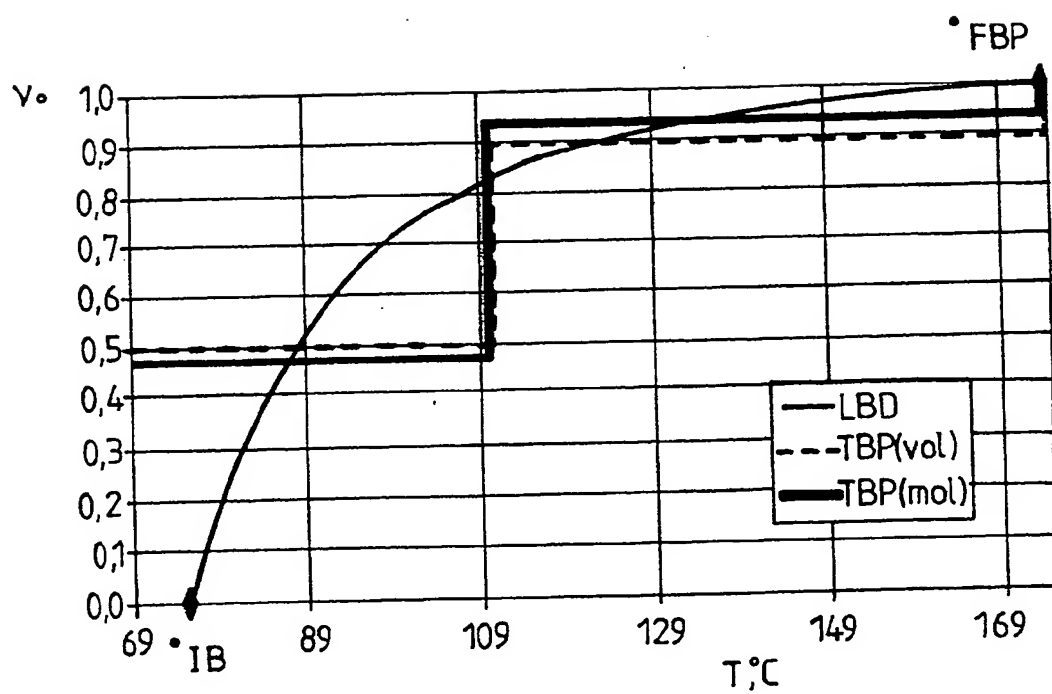
10°) Appareil selon l'une quelconque des revendications 8 et 9,

- caractérisé en ce qu'il constitue un ensemble monobloc portatif.

2/5

FIG.2

4/5

FIG. 4





# **RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement  
national

FA 594542  
FR 0013270

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	US 4 250 739 A (AUDEH COSTANDI A ET AL) 17 février 1981 (1981-02-17)	8	G01N25/14 G01N33/22
A	* colonne 2, ligne 63 - colonne 5, ligne 4; figures *	1-7,9,10	
X	FR 2 410 818 A (RAFFINAGE CIE FRANCAISE) 29 juin 1979 (1979-06-29)	8	
A	* page 5, ligne 6 - page 13, ligne 39; figures 1,2 *	1-7,9,10	
A	BARRUFET M A: "EVALUATION OF STANDARD PVT PROPERTIES FROM EQUATIONS OF STATE" PETROLEUM ENGINEER INTERNATIONAL,US,HART PUBLICATIONS, vol. 71, no. 5, mai 1998 (1998-05), pages 49-50,52-54,56, XP000792941 ISSN: 0164-8322 * le document en entier *	1-10	
A	W SPIEKSMA: "Prediction of ASTM Method D86 Distillation of Gasolines and Naphtas according to the Fugacity-Filmmodel from Gas Chromatographic Detailed Hydrocarbon Analysis" JOURNAL OF CHROMATOGRAPHIC SCIENCE,US,NILES,IL, vol. 36, no. 9, 1 septembre 1998 (1998-09-01), pages 467-475, XP002100180 * le document en entier *	1-10	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7)
			G01N
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
18 juillet 2001		Bosma, R	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS			
<p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>			

1  
EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)



# **RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement  
national

FA 594542  
FR 0013270

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	<p>DATABASE COMPENDEX 'en ligne! ENGINEERING INFORMATION, INC., NEW YORK, NY, US; ZHARKOVA O N ET AL: "Additivity and reciprocity of fractional distillation parameters of oil products" Database accession no. EIX96163042220 XP002172450 * abrégé * &amp; KHIM TEKHNOL TOPL MASEL;KHIMIYA I TEKHNLOGIYA TOPLIV I MASEL MAY 1995 MEZHDUNARODNAYA KNIGA, MOSCOW, RUSSIA, no. 5, mai 1995 (1995-05), pages 38-40, ---</p>	1	
A	<p>DATABASE COMPENDEX 'en ligne! ENGINEERING INFORMATION, INC., NEW YORK, NY, US; SPIRIDONOV A V ET AL: "Modelling of oil products fraction distillation, taking into account the temperature measurement error" Database accession no. EIX98524434862 XP002172451 * abrégé * &amp; KHIM TEKHNOL TOPL MASEL;KHIMIYA I TEKHNLOGIYA TOPLIV I MASEL JULY-AUG 1998 MEZHDUNARODNAYA KNIGA, MOSCOW, RUSSIA, no. 4, juillet 1998 (1998-07), pages 41-43, --- -/-</p>	1	<p>DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.7)</p>
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
18 juillet 2001		Bosma, R	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		<p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons &amp; : membre de la même famille, document correspondant</p>	
<p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p>			

1  
EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)